



AUSLEGESCHRIFT

1211175

Deutsche Kl.: 120 - 25

Nummer: 1 211 175
 Aktenzeichen: D 37788 IV b/12 o
Anmeldetag: 29. Dezember 1961
Auslegetag: 24. Februar 1966

1

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Monofluorcyclohexen. Die Bedeutung einiger perfluorierter Kunststoffe hat ein erhöhtes Interesse an Kunststoffen entstehen lassen, die statt der üblichen Wasserstoffatome Fluoratome enthalten, da mit der erhöhten Bindungsfestigkeit der Fluoratome auch eine erhöhte Stabilität der Kunststoffe einhergeht.

Nach der vorliegenden Erfindung kann nun ein Zwischenprodukt für die Herstellung von Kunststoffen auf Basis des Cyclohexens gewonnen werden, da dieses sich wie andere äthylenisch ungesättigte Verbindungen polymerisieren lässt. Das Fluorcyclohexen stellt auch ein wertvolles Ausgangsmaterial für die Herstellung von physiologisch wirksamen fluor-substituierten organischen Verbindungen dar.

Es wurde nun gefunden, daß Monofluorcyclohexen erhalten wird, wenn 1,1-Difluorcyclohexan, 1-Fluor-1-chlorcyclohexan oder Gemische dieser Verbindungen in Gegenwart von Luft und von Kobaltnaphthenat auf Temperaturen von 110 bis 140° C erhitzt werden.

Die Ausgangsmaterialien können z. B. nach J. appl. Chem. (London), Bd. 7, 1957, S. 99 bis 104, durch Behandeln von 1-Chlorcyclohexen mit Fluorwasserstoff ohne Druckanwendung hergestellt werden.

Es ist zwar bekannt, Undecafluorcyclohexan durch Pyrolyse in Decafluorcyclohexen bei Temperaturen von 650 bis 1000° C zu überführen (Chem. and Ind., 1959, S. 1491), demgegenüber wird jedoch das erfundungsgemäße Verfahren bei wesentlich tieferen Temperaturen, nämlich 110 bis 140° C, durchgeführt. Es war nicht vorauszusehen, daß niedrigfluorierte Halogenderivate bei niedrigeren Temperaturen als hochfluorierte 1 Mol Halogenwasserstoff abspalten und in ungesättigte Halogenderivate übergehen.

Der technische Fortschritt des erfundungsgemäßen Verfahrens liegt darin, daß das Verfahren in nicht feuerfesten Apparaturen durchgeführt werden kann. Außerdem reicht zur Erzeugung der niedrigen Temperaturen Dampf aus. Bei einer Pyrolyse dagegen müssen elektrische oder Ölbrenner verwandt werden. Das erfundungsgemäße Verfahren ist technisch wesentlich einfacher durchführbar.

Beispiel

30 g 1-Fluor-1-chlorcyclohexan werden mit 1,5 g gepulvertem Kobaltnaphthenat in einem Dreihalskolben, welcher einen Rückflußkühler, ein Thermometer und ein Gaseinleitungsrohr enthält, gemischt. 50 104.

Verfahren zur Herstellung von Monofluorcyclohexen

5 Anmelder:

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt
vormals Roessler, Frankfurt/M., Weißfrauenstr. 9

Als Erfinder benannt:

Dr. George Valkanas, Amaroussion, Athen
(Griechenland).

Der Miterfinder hat beantragt, nicht genannt zu werden

Beanspruchte Priorität:

V. St. v. Amerika vom 29. Dezember 1960
(79 128)

2

Die Lösung wird zum Sieden gebracht und trockene Luft langsam in das Reaktionsgefäß eingeleitet. Nach 20 Minuten beginnt sich Chlorwasserstoff zu entwickeln. Man läßt die Mischung auf 110° C abkühlen und hält sie auf dieser Temperatur, bis sich kein Chlorwasserstoff mehr entwickelt. Die Lösung wird dann mit Äther verdünnt, das Unlösliche abfiltriert, mit Wasser und Sodalösung gewaschen und der Rückstand destilliert. Das Monofluorcyclohexen wird bei einem Siedepunkt von 96 bis 97° C bei 730 mm Hg in einer Ausbeute von 13 g, entsprechend 59,2% der Theorie, erhalten.

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Monofluorcyclohexen durch Erhitzen von 1,1-Difluorcyclohexan, 1-Fluor-1-chlorcyclohexan oder Gemischen dieser Verbindungen, dadurch gekennzeichnet, daß man das Erhitzen in Gegenwart von Luft und von Kobaltnaphthenat bei Temperaturen von 110 bis 140° C durchführt.

In Betracht gezogene Druckschriften:

USA.-Patentschriften Nr. 2 562 159, 2 614 129;
Chem. and Ind., 1959, S. 1491;
J. appl. Chem. (London), Bd. 7, 1957, S. 99 bis